

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

DA

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENTSCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 299 458 A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) A 62 D 3/00

DEUTSCHES PATENTAMT

| | | | | | |
|------|---|------|----------|------|----------|
| (21) | DD A 62 D / 218 868 8 | (22) | 04.02.80 | (45) | 23.04.92 |
| (71) | siehe (73) | | | | |
| (72) | Franke, Siegfried, Dipl.-Chem.; Meyer, Dieter, Dipl.-Chem.; Hartmann, Harald, Dipl.-Militärwissenschaftler; Matschiner, Hermann, Prof. Dr. Dipl.-Chem., DE | | | | |
| (73) | Bundesamt für Wehrtechnik und Beschaffung, W - 5400 Koblenz, DE | | | | |
| (54) | Entgiftungsmittel mit universeller Wirkung gegen chemische Kampfstoffe | | | | |

(57) Das Entgiftungsmittel mit universeller Wirkung gegen chemische Kampfstoffe ist zur Entgiftung von militärischen und zivilen technischen Mitteln, von Gebäuden und Straßen sowie von Laboratoriumsgefäßen geeignet. Es handelt sich um eine universelle einsetzbare nichtwäßrige Entgiftungsflüssigkeit hoher Reaktivität, bestehend aus verfügbaren oder technisch leicht zugänglichen Ausgangsstoffen. Durch Verringerung des Aminanteiles und dessen Substitution durch geeignetere Verbindungen, konnte der Alkalialkoxidgehalt bis zu $2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ erhöht werden. Es wurde gefunden, daß eine Lösung aus $0,5\text{--}2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ Natrium in $10\text{--}60 \text{ Vol.-%}$ Aminoalkohol (Dimethylaminoethanol), $0\text{--}20 \text{ Vol.-%}$ Alkohol und $20\text{--}80 \text{ Vol.-%}$ Alkylcaprolactam chemische Kampfstoffe vom Typ Yperit, Sarin und VX entgiften. Dem vorgeschlagenen Entgiftungsmittel können bis zu 25 Vol.-% Benzin oder Cyclohexan als K-Lösungsmittel zugesetzt werden.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Erfindungsanspruch:

1. Entgiftungsmittel mit universeller Wirkung gegen chemische Kampfstoffe und analoge toxische Verbindungen, gekennzeichnet durch eine Lösung aus mindestens $0,5 \text{ Mol l}^{-1}$ bis zu $2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ metallischem Natrium in 10 bis 60 Vol.-% Aminoalkohol, vorzugsweise Dimethylaminoethanol, 0 bis 20 Vol.-% Alkohol und 20–80 Vol.-% Alkylcaprolactam, vorzugsweise N-Methyl- ϵ -caprolactam.
2. Entgiftungsmittel gemäß Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der Lösung bis zu 25 % Benzin oder Cyclohexan als Ko-Lösungsmittel zugesetzt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft neue flüssige Entgiftungsmittel mit universeller Wirkung gegen chemische Kampfstoffe aus militärischen und zivilen technischen Mitteln, wie gepanzerten und ungepanzerten Fahrzeugen, Flugzeugen, Schiffen und Schienenfahrzeugen; auf Einrichtungen wie Gebäuden, Straßen, Start- und Landebahnen und auf oder in Laboratoriumsgefäßen sowie gegen analoge toxische Verbindungen.

Charakteristik der bekannten Lösungen

Bekannt ist, daß (1) Natriumhydroxidlösungen von 2-Methoxyethanol im Gemisch mit verschiedenen Aminen (J.B. JACKSON, US. Pat. 3.079.348 vom 04.05.1960) und daß Natriumlösungen von Ethanol in einem Gemisch aus Propylendiamin und Dimethylaminoethanol (J. HUTZSCHENREUTER, E. BUSCH und A. MATTHES, GP. DDR 130076 vom 30.05.1969) chemische Kampfstoffe vom Typ Yperit, Sarin und V-Kampfstoff besser entgiften als bis dahin bekannte wäßrige Entgiftungsflüssigkeiten. Als Amine finden neben dem Propylendiamin vor allem Ethylendiamin und Diethylentriamin Verwendung. Weiter werden als nichtwäßrige Entgiftungsflüssigkeiten (3) Lösungen von $0,5$ bis 1 Mol l^{-1} Lithiumhydroxid oder Lithium in Gemischen aus 50 bis 75 % Monoethanolamin und 25 bis 50 % Hexylenglykol (B.C. WOLVERTON, US. Pat. 3.634.278 vom 11.01.1972), (4) Lösungen von $0,05$ bis 5 Mol l^{-1} einer starken Base, solche wie Alkalihydroxide, Alkalialkoxide, Alkaliphosphoxide und quartäre Ammoniumhydroxide, und Gemischen aus 30 bis 100 Teilen Dimethylsulfoxid und 0 bis 70 Teilen Alkohol, Glykole und Triole (P.R. STEYERMARK, US. Pat. 3.810.842 vom 14.05.1974) und (5) Lösungen von Salicylaldoxim in Ethanol mit einem Zusatz von Ethanolamin bzw. Natriumethoxid mit pH 10 bis 12 (GP. DDR 209399 vom 14.08.1979) vorgeschlagen. Die Varianten (1), (2), (3) und teilweise wohl auch (4) und (5) wirken aufgrund ihres Alkalialkoxidgehaltes, der aber ein Mol l^{-1} in diesen Zusammensetzungen nicht überschreiten kann und daher ihre Wirksamkeit beschränkt. Zur Stabilisierung der Alkoholate sind außerdem aufwendige Maßnahmen erforderlich. Zudem bestehen die bisher vorgeschlagenen oder eingesetzten Entgiftungsmittel aus entweder teuren oder aber schwer zugänglichen bzw. kompliziert herstellbaren Ausgangsverbindungen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung sind universell einsetzbare, nichtwäßrige Entgiftungsflüssigkeiten hoher Reaktivität zur Entgiftung chemischer Kampfstoffe oder analoger toxischer Verbindungen aus verfügbaren oder technisch leicht zugänglichen Ausgangsstoffen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, eine Zusammensetzung zu finden, in der durch Verringerung des Amin-Anteils und Substitution durch geeignete Verbindungen der Alkalioxidgehalt erhöht werden kann. Es wurde gefunden, daß eine Lösung aus mindestens $0,5 \text{ Mol l}^{-1}$ bis zu $2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ metallischem Natrium in 10 bis 60 Vol.-% Aminoalkohol, vorzugsweise Dimethylaminoethanol, 0 bis 20 Vol.-% Alkohol, z. B. Methanol, Äthanol oder Propanol und 20–80 Vol.-% Alkylcaprolactam, vorzugsweise N-Methyl- ϵ -caprolactam chemische Kampfstoffe, wie z. B. Yperit, Sarin und V-Kampfstoff innerhalb von 5 Minuten so entgiften, daß die Restkonzentrationen bzw. die Restvergiftungsdichten nur noch $\frac{1}{5}$ bis $\frac{1}{10}$ der geforderten Normative entsprechen. Zugleich wurde gefunden, daß zu derartigen Gemischen Methanol und auch Benzine oder Cyclohexan als Ko-Lösungsmittel bis zu 25 % zugemischt werden können, ohne daß diese Gemische ihre entgiftende Wirksamkeit verlieren. Aus diesem Grunde lassen sich die Entgiftungsmittel auch als Konzentrate herstellen, die erst unmittelbar vor der Anwendung verdünnt werden können. Die erfindungsgemäße Mischung läßt sich mit Gehalten an metallischem Natrium bis zu $2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ herstellen. Das ermöglicht neue Optimierungen für die Herstellung, Lagerung und Anwendung derartiger Gemische.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

- (a) 20 cm^3 einer Lösung von metallischem Natrium in einem Gemisch aus 60 % Dimethylamin ethanol und 20 % Methanol mit einem Zusatz von 20 % N-Methyl- ϵ -caprolactam, deren Natriumgehalt $2,5 \text{ Mol l}^{-1}$ beträgt, entgiftet 560 mg Yperit

- (= 28 mg cm^{-3}) innerhalb 5 Minuten. Nach 5 Minuten konnte nur noch eine Menge von $0,1 \text{ mg}$ (= $0,006 \text{ mg cm}^{-3}$) ermittelt werden, die unter der zulässigen Restkonzentration, bei Annahme, daß es sich um die Entgiftung einer Fläche handelt, unter der zulässigen Restvergiftungsdichte liegt.
- (b) Zu gleichen Ergebnissen gelangt man, wenn der Gehalt an Natrium bis auf $0,6 \text{ Mol l}^{-1}$ herabgesetzt wird, ohne daß die Lösungsmittelkonzentration geändert wird.
 - (c) Eine Mischung mit einem Natriumgehalt von $1,6 \text{ Mol l}^{-1}$, die aus 37,5% Dimethylaminoethanol, 12,5% Methanol und 50% N-Methyl- ϵ -caprolactam besteht, entgiftet die gleiche Ausgangsmenge an Yperit nach 5 Minuten, so daß nur noch $0,06 \text{ mg}$ (= $0,003 \text{ mg cm}^{-3}$) gefunden wurden.
 - (d) Dünnschichtchromatographisch und biochemisch konnte bei einem V-Stoff nach 4 Minuten und bei Sarin nach 2 Minuten bei einer eingesetzten Menge von 100 mg in 20 cm^3 bei unter (a), (b) und (c) angeführten Gemischen kein Nachweis mehr erbracht werden.
 - (e) Ebenso günstig verläuft die Entgiftung mit einem Gemisch aus 15% Dimethylaminoethanol, 5% Methanol und 80% N-Methyl- ϵ -caprolactam mit einem Natriumgehalt von $0,65 \text{ Mol l}^{-1}$.
 - (f) Wird anstelle von Methanol Ethanol oder Propanol verwendet, resultieren gleiche Ergebnisse.

Beispiel 2

- (a) 20 cm^3 einer Lösung von metallischem Natrium in einem Gemisch 37,5% Dimethylaminoethanol, 12,5% Methanol, 25% N-Methyl- ϵ -caprolactam und 25% Benzin mit einem Natriumgehalt von $1,6 \text{ Mol l}^{-1}$ entgiftet 560 mg Yperit (= 28 mg cm^{-3}) innerhalb 5 Minuten. Nach 5 Minuten beträgt die Restkonzentration noch $0,006 \text{ mg cm}^{-3}$ und liegt damit unter der zulässigen Restkonzentration von $0,016 \text{ mg cm}^{-3}$. Nach dieser Zeit waren V-Kampfstoff und Sarin nicht mehr nachweisbar.
- (b) Eine Lösung von $0,8 \text{ Mol l}^{-1}$ Natrium in einem Gemisch aus 18,75% Dimethylaminoethanol, 6,25% Methanol, 37,5% N-Methyl- ϵ -caprolactam und 37,5% Benzin entgiftet Yperit, V-Kampfstoff und Sarin ebenso schnell.
- (c) Bei gleichbleibendem Natriumgehalt verringert sich die entgiftende Wirkung in einem Gemisch aus 18,75% Dimethylaminoethanol, 6,25% Methanol, 25% N-Methyl- ϵ -caprolactam und 50% Benzin so, daß bei gleichen Versuchsbedingungen eine Restkonzentration Yperit von $0,018 \text{ mg cm}^{-3}$ verbleibt, die etwa der normalen Restkonzentration entspricht.